



UNIVERSITATEA NAȚIONALĂ DE ȘTIINȚĂ ȘI  
TEHNOLOGIE POLITEHNICA BUCUREȘTI



ȘCOALA DOCTORALĂ  
ȘTIINȚA ȘI INGINERIA MATERIALELOR

## TEZĂ DE DOCTORAT

**CERCETĂRI PRIVIND INFLUENȚA ȘOCURILOR TERMICE  
LA TEMPERATURI ÎNALTE ASUPRA ALIAJELOR RENÉ 41  
ȘI INCONEL 718**

### Rezumat

**Doctorand: Ing. Elisabeta Roxana UNGUREANU (ARVA)**

**Conducător de doctorat: Prof. dr. ing. Mărioara ABRUDEANU**

### COMISIA DE DOCTORAT

Președinte	Prof.dr. ing. Radu ȘTEFĂNOIU	de la	Universitatea Națională de Știință și Tehnologie POLITEHNICA București
Conducător de doctorat	Prof. dr. ing. Mărioara ABRUDEANU	de la	Universitatea Națională de Știință și Tehnologie POLITEHNICA București
Referent	Prof. dr. ing. Ioan VIDA SIMITI	de la	Universitatea Tehnică Cluj Napoca
Referent	Dr. Ing. Andrei GALAȚANU	de la	Institutul Național de Cercetare- Dezvoltare pentru Fizica Materialelor Măgurele
Referent	Prof. dr. ing. Mihai Ovidiu COJOCARU	de la	Universitatea Națională de Știință și Tehnologie POLITEHNICA București

BUCUREȘTI 2024

## Mulțumiri

Doresc să mulțumesc conducătorului meu de doctorat, doamnei Prof. emerit dr. ing. Mărioara Abrudeanu, pentru tot sprijinul, îndrumarea, răbdarea și încurajările pe care mi le-a oferit pe parcursul întregii colaborări, încă din anii studenției și până în prezent. Această teză de doctorat nu ar fi fost realizabilă fără ajutorul pe care doamna profesor mi l-a oferit în mod necondiționat.

De asemenea, țin să adresez mulțumirile mele și membrilor comisiei de îndrumare: domnilor prof. habil. univ. dr. chim. Șchiopu Adriana-Gabriela, prof. habil. univ. dr. ing. Nițu Eduard Laurențiu și conf. univ. dr. chim. Dicu Magdalena, din partea Universității Naționale de Știință și Tehnologie Politehnica București, Centrul Universitar Pitești pentru sugestiile și propunerile oferite pe parcursul programului de cercetare științifică.

Cercetările experimentale realizate în cadrul acestei teze de doctorat au presupus pregătirea și caracterizarea unui număr semnificativ de probe. Le sunt recunoscătoare pentru efectuarea caracterizărilor, pentru sfaturile valoroase referitoare la interpretarea rezultatelor și elaborarea textelor științifice, cât și pentru punerea la dispoziție a echipamentelor necesare pentru efectuarea cercetărilor experimentale domnilor din cadrul colectivului Centrului Regional De Cercetare-Dezvoltare Pentru Materiale, Procese Și Produse Inovative Destinate Industriei De Automobile (CRC&D-Auto), Conf. univ. dr. fiz. Cătălin Ducu, director, C.S. Aurelian Denis Negrea, C.S. Sorin Georgian Moga; și colectivului de la Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Fizica Materialelor, domnului dr. Andrei Galațanu și doamnei C.S. Magda Galațanu.

Domnilor Andrei Galațanu, Denis Negrea, și Cătălin Ducu le mulțumesc deosebit pentru tot sprijinul acordat pe parcursul stagiului doctoral, pentru îndrumarea oferită în pregătirea probelor în vederea caracterizării acestora și pentru implicarea în redactarea articolelor publicate.

De asemenea, doresc să le mulțumesc domnilor conf. univ. dr. ing. Alin Daniel Rizea, conf. univ. dr. ing. Anghel Daniel-Constantin, dr. ing. Vasile Rizea, din partea Universității Naționale de Știință și Tehnologie Politehnica București, Centrul Universitar Pitești, pentru ajutorul oferit la pregătirea probelor pentru cercetările experimentale cât și pentru tot suportul oferit de-a lungul stagiului doctoral, și domnilor conf. univ. dr. ing. Mihai Brânzei, Universitatea Națională de Știință și Tehnologie Politehnica București, și domnului prof. univ. dr. ing. Corneliu Munteanu, Universitatea Tehnică „Gheorghe Asachi”, Iași, pentru tot suportul și sfaturile oferite în elaborarea textelor științifice.

Pentru sprijinul, suportul moral și sfaturile ingineresti primite de-a lungul întregii colaborări, mulțumesc colectivului Fabricii de Combustibil Nuclear, Mioveni, îndeosebi doamnei ing. șef. DMC, Daniela Costea și domnilor ing. Livius Constantinescu și ing. Vasile Zamfira.

Rămân profund recunoscătoare membrilor familiei mele pentru susținerea necondiționată și răbdarea pe care mi le-au oferit în toți acești ani, părinților Ungureanu Gheorghe, Ungureanu Florina, Arva Elena, soțului meu, dr. ing. Arva Mihai Cătălin, și fetiței mele, Arva Emilia Elisabeta, căreia îi dedic această teză de doctorat.

## Rezumat

Prin caracteristicile lor de rezistență mecanică excelentă, rezistență la deformare prin fluaj termic, stabilitate bună a suprafeței și rezistență bună la coroziune/oxidare până la temperaturi de ordinul a 0,7 din temperatura de topire și chiar peste această temperatură, superaliajele cu bază de nichel răspund unor exigențe deosebite, caracteristice domeniilor de vârf, inclusiv energetica nucleară. Solicitățile în funcționare care impun încălziri în domeniile temperaturilor de solubilizare a fazelor secundare, sau la temperaturi mai mari, determină modificări structurale și de proprietăți care influențează caracteristicile în funcționare.

Prezenta teza de doctorat aduce contribuții privind influența șocurilor termice la temperaturi înalte asupra structurii și proprietăților superaliajelor cu bază de nichel René 41 și Inconel 718, durificabile prin precipitare cu formarea unor compuși intermetalici nichel-titan-aluminiu sau nichel-cobalt. Testarea la temperaturi înalte, de până la 1000°C, s-a efectuat prin șocuri termice ciclice cu încălzire rapidă în cuptorul solar. Probele au fost caracterizate prin determinări de duritate și difuzivitate termică, analiză calitativă de fază XRD, morfologie și compoziție chimică elementală MEB EDS.

Rezultatele au pus în evidență evoluția durității și a difuzivității termice, în corelație cu microstructura, în funcție de numărul de cicluri de șoc efectuate la aceeași temperatură și de temperatura de aplicare a șocului termic pentru același număr de cicluri, factori importanți în procesele de solubilizare/răcire și transformări structurale care se produc în funcționarea la temperaturi înalte.

**Cuvinte cheie:** superaliaj, șoc termic, energie solară, microstructură, duritate, difuzivitate termică.

## Cuprinsul tezei de doctorat

Rezumat.....	4
Abstract.....	4
Mulțumiri.....	6
PARTEA I.....	1
PREZENTAREA TEMATICII DE CERCETARE.....	1
Capitolul 1. Introducere.....	1
Capitolul 2. Stadiul actual al cercetărilor privind superaliajele cu bază de nichel durificabile prin precipitare.....	2
2.1 Superaliaje cu bază de Nichel. Istoricul dezvoltării.....	2
2.2 Compoziția și microstructura superaliajelor cu bază de Ni.....	7
2.3 Tratatamentul termic al aliajelor cu bază de nichel.....	19
2.4 Aspecte privind influența solicitărilor la temperaturi înalte asupra superaliajelor cu bază de nichel.....	22
2.5 Difuzivitatea /conductivitatea termică a superaliajelor.....	23
PARTEA a II-a.....	26
CERCETĂRI EXPERIMENTALE.....	26
Capitolul 3. Programul de cercetare.....	26
3.1. Obiectivele cercetării.....	26
3.2. Programul de cercetare.....	27
A. Aprofundarea cercetării documentare privind structura și proprietățile la temperaturi înalte a superaliajelor cu bază de Nichel, durificabile prin îmbătrânire.....	27
B. Programul de cercetări experimentale.....	27
C. Diseminarea rezultatelor cercetării.....	27
3.3. Materiale și tehnici experimentale.....	27
3.3.1. Prezentarea aliajelor René 41 și Inconel 718.....	27

3.3.2 Tehnici experimentale.....	30
Capitolul 4. Influența șocurilor termice ciclice asupra aliajului René 41 .....	32
4.1 Caracterizarea aliajului în stare de livrare .....	32
4.2 Tratatamentul prin șocuri termice ciclice .....	37
4.3 Influența șocurilor termice la temperaturi înalte asupra durității.....	39
4.4 Caracterizarea microstructurală prin microscopie optică .....	40
4.4.1 Microstructura probei René 41 tratată la 700°C, 3c .....	41
4.4.2 Microstructura probei René 41 tratată la 700°C, 9c .....	42
4.4.3 Microstructura probei René 41 tratată la 800°C, 3c .....	43
4.4.4 Microstructura probei René 41 tratată la 800°C, 9c .....	44
4.4.5 Microstructura probei René 41 tratată la 900°C, 3c .....	45
4.4.6 Microstructura probei René 41 tratată la 900°C, 6c .....	46
4.4.7 Microstructura probei René 41 tratată la 900°C, 12c .....	47
4.4.8 Microstructura probei René 41 tratată la 1000°C, 6c .....	48
4.4.9 Microstructura probei René 41 tratată la 1000°C, 12c .....	49
4.5 Analiza morfologică și chimică elementală prin microscopie electronică de baleiaj ....	50
4.5.1 Caracterizarea morfologică și chimică elementală a aliajului René 41 .....	50
A. Caracterizarea evoluției masei metalice.....	50
B. Caracterizarea stratului protector.....	60

4.6	Analiza calitativă de fază prin difracție de raze X.....	66
4.7	Influența șocurilor termice asupra difuzivității termice a aliajului René 41 .....	67
4.8	Concluzii privind cercetările asupra aliajului René 41 .....	71
Capitolul 5. Influența șocurilor termice ciclice asupra aliajului Inconel 718.....		73
5.1	Caracterizarea aliajului în stare de livrare .....	73
5.2	Tratamentul prin șocuri termice ciclice .....	78
5.3	Influența șocurilor termice la temperaturi înalte asupra durtății.....	81
5.4	Caracterizarea microstructurală prin microscopie optică .....	84
A.	Evoluția microstructurii probelor tratate prin șoc termic la temperaturi mai mari de 700°C .....	84
5.4.1	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 700°C, 3c.....	84
5.4.2	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 700°C, 9c.....	85
5.4.3	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 700°C, 20c.....	86
5.4.4	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 800°C, 3c.....	87
5.4.5	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 800°C, 9c.....	88
5.4.6	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 800°C, 20c.....	89
5.4.7	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 900°C, 9c.....	90
5.4.8	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 900°C, 12c.....	91
5.4.9	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 900°C, 15c.....	92
5.4.10	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 900°C, 20c.....	93
5.4.11	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 1000°C, 3c.....	94

5.4.12	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 1000°C, 6c .....	95
5.4.13	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 1000°C, 9c.....	96
5.4.14	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 1000°C, 12c.....	97
5.4.15	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 1000°C, 15c.....	98
5.4.16	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 1000°C, 20c.....	99
5.4.17	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 400°C, 20c.....	100
5.4.18	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 500°C, 20c.....	101
5.4.19	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 600°C, 20c.....	102
5.4.20	Microstructura probei Inconel 718 tratată la 400°C, 500°, 600°, 700°, 800°, 900°, 1000° T°C, câte 3 cicluri de șoc termic.....	103
5.5	Analiza morfologică și chimică elementală SEM EDS a probelor din aliaj Inconel 718 supuse la coruri termice.....	104
5.5.1	Caracterizarea morfologică și chimică elementală a aliajului Inconel 718 .....	104
5.5.2	Distribuția elementelor de aliere în stratul oxidic .....	114
5.6	Analiza calitativă de fază prin difracție de raze X .....	116
5.7	Influența șocurilor termice asupra difuzivității termice a aliajului Inconel 718 .....	117
5.8	Concluzii privind cercetările efectuate asupra aliajului Inconel 718 .....	126
Capitolul 6.	Studiu comparativ privind influența șocurilor termice la temperaturi înalte asupra structurii și proprietăților celor două superaliaje .....	128
Capitolul 7.	Concluzii și contribuții personale și perspective.....	134
7.1	Concluzii în urma rezultatelor experimentale .....	134
7.2	Contribuții originale .....	136

7.3	Perspective .....	136
7.4	Lista lucrărilor publicate .....	137
	BIBLIOGRAFIE .....	138
	Lista figurilor .....	148
	Lista tabelelor .....	154
	Lista abrevierilor .....	155
	Anexe .....	156



## **Sinteza ideilor principale structurată pe capitole**

### **Partea I Prezentarea tematicii de cercetare**

#### **Capitolul 1. Introducere**

Pentru atingerea unor performanțe ridicate, impuse de noile tehnologii, cercetările în domeniul materialelor sunt axate pe două direcții: dezvoltarea de materiale noi cu performanțe superioare și studiul comportării materialelor cunoscute în condițiile impuse de noile tehnologii.

Creșterea performanțelor echipamentelor prin dezvoltarea de materiale noi, îndeosebi pentru domeniile de vârf precum aerospațial, energetica nucleară, automobile, are ca rezultat materiale cu caracteristici mecanice și de rezistență la coroziune superioare asociate cu o greutate specifică mică.

În categoria cercetărilor privind comportarea unor materiale deja cunoscute în condiții impuse de noi tehnologii se înscriu și studiile privind proprietățile superaliajelor pe bază de nichel în condiții extreme. Superaliajele René 41 și Inconel 718, concepute pentru utilizări la temperaturi ridicate, sunt frecvent studiate pentru utilizări în condiții extreme. Ele oferă proprietăți excelente în condiții de coroziune și uzare, rezistând la temperaturi extrem de ridicate fără a-și pierde proprietățile sau rezistența mecanică.

#### **Capitolul 2. Stadiul actual al cercetărilor privind superaliajele cu bază de nichel durificabile prin precipitare**

Denumirea de superaliaj descrie o gamă largă de materiale de înaltă performanță care combină caracteristici mecanice ridicate cu rezistențe la coroziune la temperaturi mai mari decât 650°C, caracteristica oțelurilor martensitice.

Primele superaliaje au apărut la începutul secolului XX, brevetul englez pentru aliajul 80Ni-20Cr cu rezistență mare la coroziune utilizat pentru paletele turbinelor cu abur, datează din anul 1906.

În anul 1984, la 60 de ani de la apariția lor, C. Sims realizează o sinteză a evoluției superaliajelor, prezentând caracteristicile compoziționale și microstructurale ale acestor aliaje de înaltă performanță, de la aliajul Nimonic (INCO) la familia de astăzi de aliaje forjate din lingouri, pulberi metalice și turnate, arătând importanța defectelor microstructurale asupra caracteristicilor esențiale. Această lucrare a constituit o referință bibliografică de bază pentru un număr mare de lucrări ulterioare privind superaliajele cu bază de nichel. [3]

În acea perioadă, cercetarea științifică în domeniul superaliajelor este direcționată spre dezvoltarea de noi aliaje și pentru creșterea parametrilor funcționali, rezistența superaliajelor la coroziune la temperaturi înalte.[4-14]

Rezistența lor la temperaturi înalte poate fi obținută prin aliere și prin tratamentul termic care realizează durificarea soluției solide și precipitarea unor faze ce conferă stabilitatea la temperaturi înalte. Limitele de grăunte, prin precipitate prezente aici care reduc posibilitățile de

migrare, conferă acestor aliaje rezistență mecanică la temperaturi joase și reduc rezistența la fluaj.

Caracteristicile de bază ale superaliajului sunt:

- Rezistență mecanică excelentă;
- Rezistență la deformare prin fluaj termic;
- Stabilitate bună a suprafeței;
- Rezistență bună la coroziune/oxidare.

Caracteristica structurală comună a materialelor incluse în categoria superaliaje este structura cristalină cubică cu fețe centrate, specifică austenitei.

În funcție de metalul de bază, superaliajele sunt: cu bază de nichel, de fier sau de cobalt.

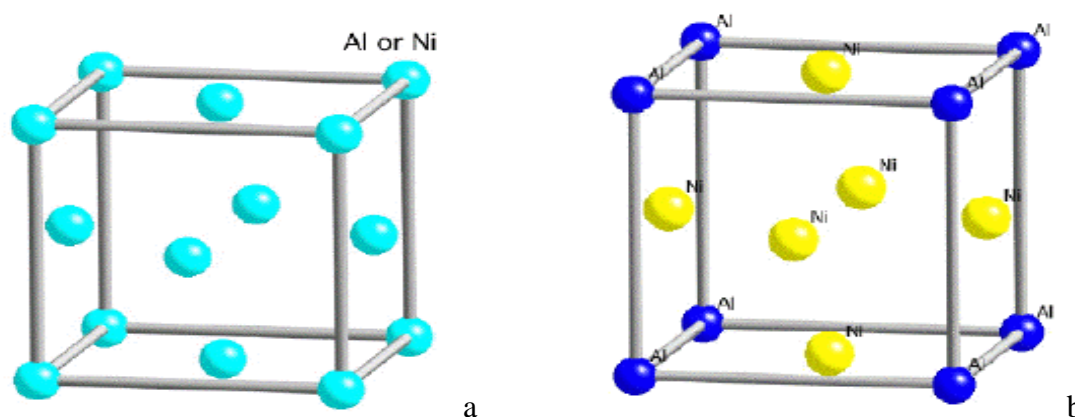
Superaliajele cu bază de nichel au proprietăți mecanice excelente și rezistență mare la oboseală la temperaturi ridicate, caracteristici cerute în mod deosebit în industria aerospațială pentru motoarele de turbine.

În sistemele cu bază de nichel se pot forma un număr mare de faze secundare, inclusiv numeroși compuși intermetalici dintre care o parte sunt foarte dăunătoare. Pentru a evita apariția lor, compoziția superaliajelor comerciale a fost optimizată. Aceste compoziții stabilite în limite stricte restrâng mult posibilitățile dezvoltării de noi aliaje.[37-41]

Principalele faze prezente în superaliajele pe bază de nichel sunt:

- a) Faza  $\gamma$ -soluție solidă cu rețea cubică cu fețe centrate, FCC, care conține diluate cantități mari de Co, Cr, Mo, Ru și Re și formează o matrice continuă ce înglobează celelalte faze;
- b) Faze precipitate, în principal compuși cu nichel și carburi ale elementelor de aliere

Elementele de aliere de bază care conferă proprietățile superaliajelor cu bază de Ni sunt aluminiul și/sau titanul care pot fi în proporție de 10% at, concentrații în care, în structura de echilibru, sunt prezente în două faze:  $\gamma$  și  $\gamma'$ , pentru aliajele fără Nb (a se vedea fig.2.11)



**Fig.2.11** Structură cristalină: a- faza  $\gamma$  și b -faza  $\gamma'$ , după [42] H.K.D.H.Bhadeshia,<https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/2003/Superalloys/superalloys.html>

Încălzirile la temperaturi înalte duc la solubilizarea fazelor secundare, scăderea durtății și creșterea grăunților. La răcire are loc precipitarea fazelor secundare urmând limitele de grăunte inițiale, fenomen denumit adeseori “limitele de grăunte zimțate”. Fenomenul a fost

observat în cazul aliajului 617 la o temperatură de serviciu de 700°C, pentru care în limitele de grăunte zimțate au precipitat particule de  $M_{23}C_6$  cu un conținut mare de bor.[57]

Proprietățile microstructurale și mecanice ale materialelor metalice sunt afectate de viteza de răcire în timpul tratamentului termic. Distribuția temperaturii și viteza de răcire corespunzătoare sunt determinate de coeficientul de transfer termic.

Akca Enes și Gursel Ali prezintă corelații între tehnologia de procesare a superaliajului Inconel 718 supus unui tratament termic de durificare structurală și microstructura și proprietățile acestuia[89].

Transformările de fază care au loc în timpul tratamentului de revenire al superaliajului durificabil prin precipitarea fazelor secundare, se produc cu eliberarea căldurii latente și cu variația temperaturii în etapele de formare și de creștere a grăunților; distribuția temperaturii în probă este determinată de proprietățile de transfer termic ale aliajului. [90]

## **Partea a II a CERCETĂRI EXPERIMENTALE**

### **Capitolul 3. Programul de cercetare**

**Obiectivul general:** proiectul de cercetare doctorală are ca obiectiv determinarea influenței șocurilor termice ciclice la temperaturi înalte asupra microstructurii, durității și proprietăților de transfer termic ale superaliajelor René 41 și Inconel 718.

#### **Obiectivele specifice:**

- Stabilirea unei metodologii de testare și de caracterizare a celor două superaliaje, a colaborărilor, la nivel național și internațional, necesare realizării obiectivului general;
- Testarea aliajelor la șocuri termice ciclice la temperaturi de 700-1000°C, folosind energia solară;
- Determinarea influenței șocurilor termice asupra durității prin adâncimea marcată de creșterea temperaturii în raport cu capătul "cald" al probelor;
- Determinarea influenței șocurilor termice asupra difuzivității termice, în condiții de temperatură constantă cu creșterea numărului de șocuri aplicate și pentru un număr constant de șocuri aplicate variind temperatura șocurilor;
- Studiul microstructurii aliajelor tratate prin șoc termic;
- Studiu comparativ al celor două superaliaje solicitate în condiții de șoc termic la temperaturi înalte.

#### **Programul de cercetări experimentale**

- Pregătirea probelor și caracterizarea materialelor în stare de livrare
- Testarea la șocuri termice ciclice la temperaturi înalte folosind energia solară, în Laboratorul PROMES- Cuptorul solar de la Font-Romeu-Odeillo, Franța, folosind finanțare europeană

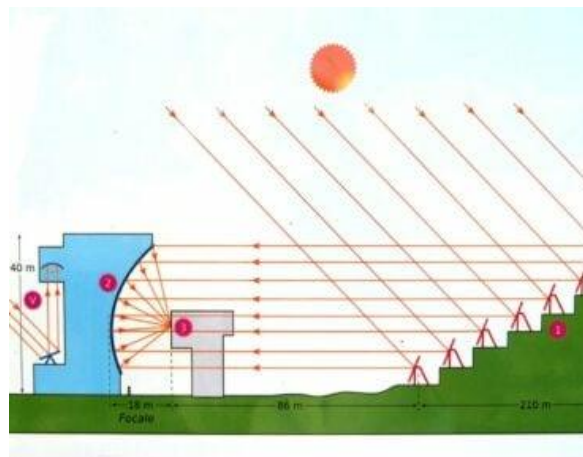
- Determinarea influenței șocurilor termice la temperaturi înalte asupra microdurateții superaliajelor , în cadrul laboratorului de Materiale avansate din Centrul Regional de Cercetare-Dezvoltare pentru Materiale, Procese și Produse Inovative destinate industriei de automobile, CRC&D-Auto
- Determinarea influenței șocurilor termice la temperaturi înalte asupra difuzivității termice a celor două aliaje, în colaborare cu specialiștii de la Institutul Național de Fizica Materialelor, Măgurele
- Caracterizarea microstructurală și chimică elementală în cadrul laboratorului de Materiale avansate din Centrul Regional de Cercetare-Dezvoltare pentru Materiale, Procese și Produse Inovative destinate industriei de automobile, CRC&D-Auto
- Analiza fazică calitativă, în cadrul laboratorului de Materiale avansate din Centrul Regional de Cercetare-Dezvoltare pentru Materiale, Procese și Produse Inovative destinate industriei de automobile, CRC&D-Auto
- Studiul comparativ al microstructurii și proprietăților celor două superaliaje supuse șocurilor termice la temperaturi înalte

### Tehnici experimentale

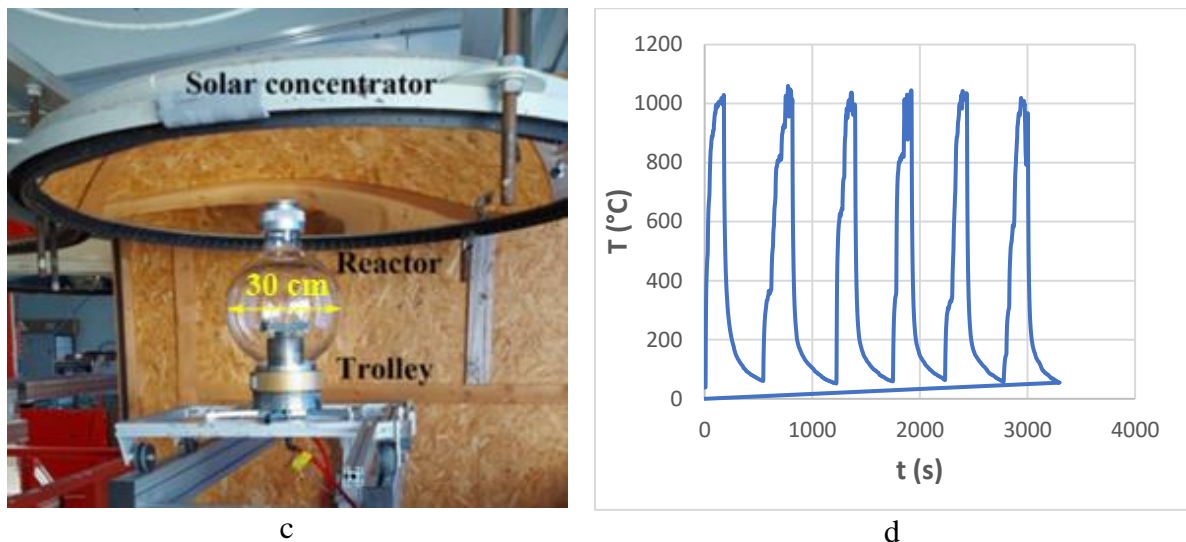
Probele pentru testarea la șoc termic au formă paralelipipedică cu baza un pătrat de latura 7mm și înălțimea de 10mm. Înălțimea probei este orientată după direcția de deformare a aliajului.



a



b



**Fig.3.1** Testarea la șocuri termice ciclice în cuptorul solar: a- imagine cuptorul solar, laboratorul PROMES; b- schema de principiu a cuptorului solar; c- instalația de testare d) ciclograma pentru tratamentul la 1000C , 6 cicluri.

Testarea la șocuri termice s-a realizat în cuptorul solar din Laboratorul PROMES, Font-Romeu-Odeillo, Franța, în cadrul Proiectului FP7 Specific Programme Capacities “Study of variation of the mechanical properties of superalloys Inconel 718 and René 41 under thermal shock”, TERMOINCORENÉ P1601300180, SFERA 2016. Au fost folosite șocuri termice ciclice în domeniul de temperatura de 700°-1000°C, cu durata de temperatura constantă a fiecărui ciclu de 30s.(figura 3.1).

Proprietățile de transport termic au fost investigate la Institutul Național de Fizica Materialelor, Măgurele cu ajutorul unui Analizor Laser flash (Netzsch LFA 457 Microflash) de la temperatura camerei până la 1050°C. Echipamentul LFA permite măsurarea directă a difuzivității termice,  $\alpha$ , prin analiza variației de temperatură a unei suprafețe a probei când pe cealaltă suprafață se aplică un impuls laser calibrat. Căldura specifică a materialelor,  $C_p$  poate fi determinată printr-o metodă diferențială folosind un eșantion de referință (în acest caz Mo, certificat NIST SRM781). Conductivitatea termică a fost calculată ca  $\lambda = \alpha \times \rho \times C_p$ , unde  $\rho$  este densitatea probei. Densitatea probelor a fost măsurată prin metoda Arhimede folosind o balanță de înaltă rezoluție. Echipamentele utilizate, LFA-457 și DIL-402C, sunt produse de către Netzsch GmbH, Selb, Germania.

Măsurătorile de microduritate au fost efectuate cu un echipament FALCON, seria 500, pentru Micro Vickers, Vickers, Micro Brinell.

Pentru analiza microstructurală, probele au fost pregătite prin șlefuire mecanică și atacate cu reactivul Adler.

În analiza microscopică s-a folosit microscopul optic OLYMPUS BX51M în câmp luminos (BF) și întunecat (DF) la mărimi de x100, x200 și x500. Microscopul utilizat este produs de către OLYMPUS, Tokyo, Japonia.

Caracterizarea SEM-EDS s-a realizat cu un microscop electronic HITACHI SU5000 echipat cu un detector de electroni retroîmprăștiați și modulul de spectroscopie cu fluorescență cu dispersie de energie pentru analiză elementală. Acest microscop electronic are ca și producător HITACHI, Tokyo, Japonia.

Difractogramele X pentru probele analizate au fost achiziționate cu ajutorul unui difractometru Rigaku Ultima IV cu goniometru vertical, în următoarele condiții: montaj Bragg-Brentano, detector unidimensional D/teX Ultra și monocromator de grafit pe fasciculul difractat; tensiune de accelerare de 45 kV și curent filament de 40 mA; interval de scanare  $2\theta$  [25°-100°], pas 0,05° și viteză de scanare 2°/min. Analiza de fază calitativă a fost efectuată cu ajutorul software-ului integrat PDXL2 (Rigaku, versiunea 2.8.4.0) și a bazei de date PDF4+ 2023 database (ICDD). Acest tip de echipament este produs de către Rigaku, Tokyo, Japonia.

#### **Capitolul 4. Influența șocurilor termice ciclice asupra aliajului René 41**

În urma experimentelor de șocuri termice ciclice la cuptorul solar, probele de René 41 au fost supuse testării în vederea studierii influenței acestor șocuri asupra microstructurii, durității și difuzivității acestora. Probele au fost caracterizate prin microscopie optică, microscopie electronică de baleiaj, duritate HV, difuzivitate termică și analize difracții X. S-au notat toate observațiile în urma realizării tuturor acestor analize.

În capitolul 4, s-a început caracterizarea aliajului René 41 în stare de livrare, care a fost realizată prin determinări de proprietăți fizice, măsurători de duritate HV, caracterizare morfologică prin microscopie optică și electronică, determinări de compoziție chimică elementală EDS și analiză calitativă de fază, XRD.

Microstructura aliajului René 41 în starea inițială este o structură în benzi, tipică deformării plastice, cu faze dure orientate după direcția de deformare și matrice cu structură poliedrică (a se vedea figura 4.2). Benzile care conțin precipitate la limita de grăunte au o structură fină, iar banda de soluție solidă  $\gamma$  prezintă grăunți mari, cu limite de grăunte care nu sunt bine definite (a se vedea figura 4.2 a, b). Precipitatele sunt de două tipuri: precipitate mari de culoare închisă (faza  $\gamma'$ ) și precipitate fine de culoare deschisă (carburi globulare distribuite la limita de grăunte)(figura 4.2 c, d, e).

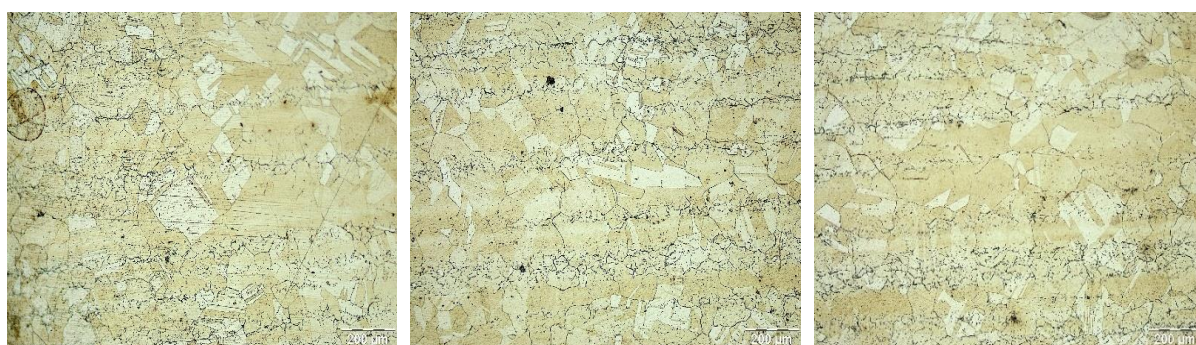
S-a continuat prezentarea tratamentului prin șocuri ciclice prin exemple de macrografii și grafice pentru ciclogramele de șoc termic.

În urma măsurătorilor de duritate HV, efectuate pe înălțimea probelor, de la suprafața opusă șocului spre suprafața de aplicare a șocului s-au constatat următoarele: duritatea probelor scade de la suprafața opusă spre suprafața de aplicare a șocurilor termice. Pentru aceeași temperatură, duritatea în vecinătatea suprafeței de aplicare a șocurilor scade cu creșterea numărului de cicluri (a se vedea figura 4.6). Excepție face proba tratată la 1000°C, 12 cicluri pentru care duritatea se stabilizează în jurul valorii de 350 HV, cu o ușoară creștere (figura

4.6a); iar pentru același număr de cicluri, duritatea în vecinătatea zonei de tratament are același trend de scădere cu creșterea temperaturii de șoc termic (a se vedea figura 4.7).

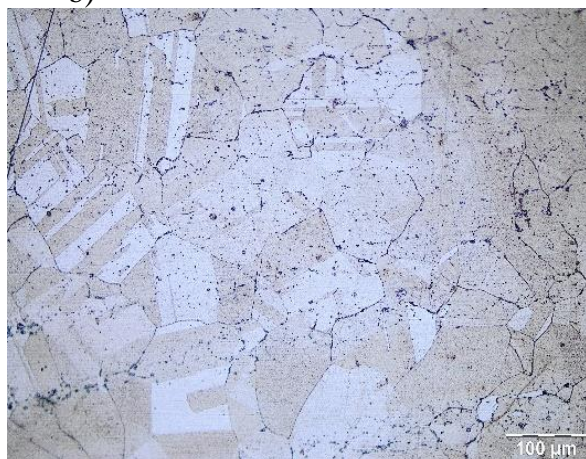
Pentru caracterizarea microstructurală prin microscopie optică, analiza s-a realizat pe lungimea probei, imaginile fiind prezentate de la capătul opus aplicării șocurilor termice spre suprafața supusă șocului termic și pe cele două suprafețe. S-a observat, de exemplu, pentru proba supusă șocului la temperatura de 700°C, microstructura pe suprafața laterală păstrează orientarea precipitatelor în șiruri paralele cu direcția de deformare, formând benzi alternând cu matricea poliedrică. În microstructura bazelor, secțiune perpendiculară pe direcția de deformare, sunt bine evidențiați poliedrii maclați și prezența precipitatelor în limita de grăunte. După 3 cicluri de șoc nu sunt diferențe evidente între structura celor două baze (comparație pentru 50μm).

a)

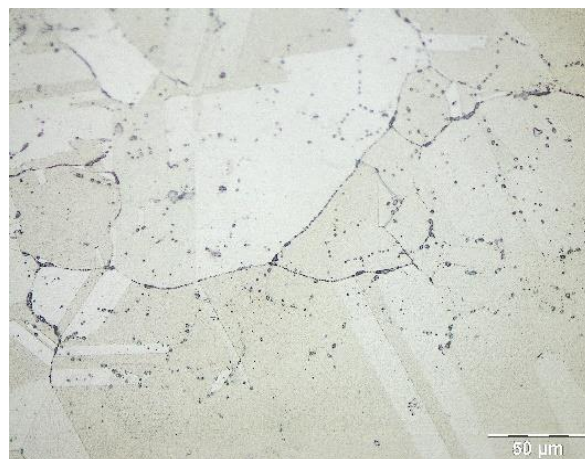


200μm

b)

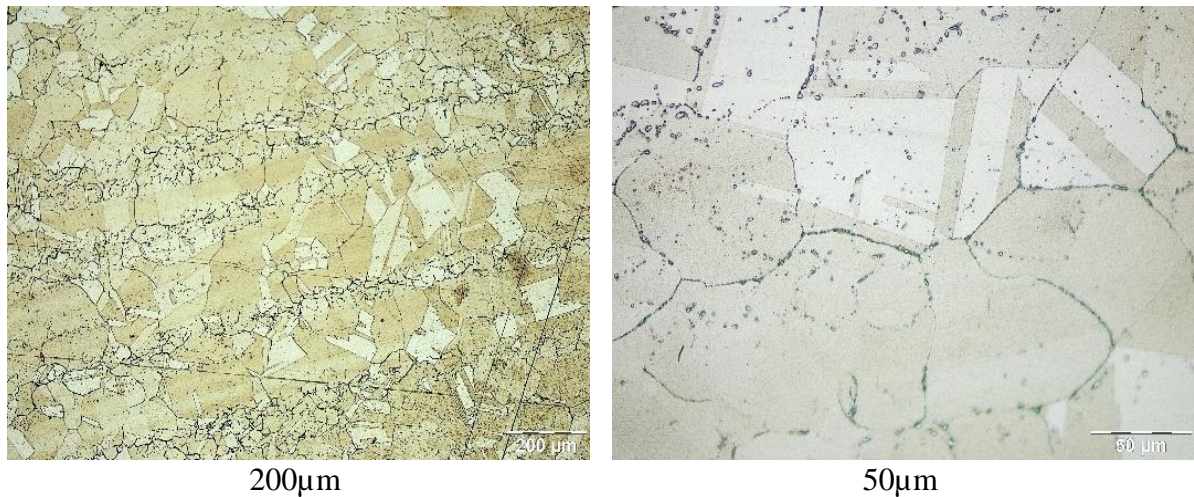


100μm



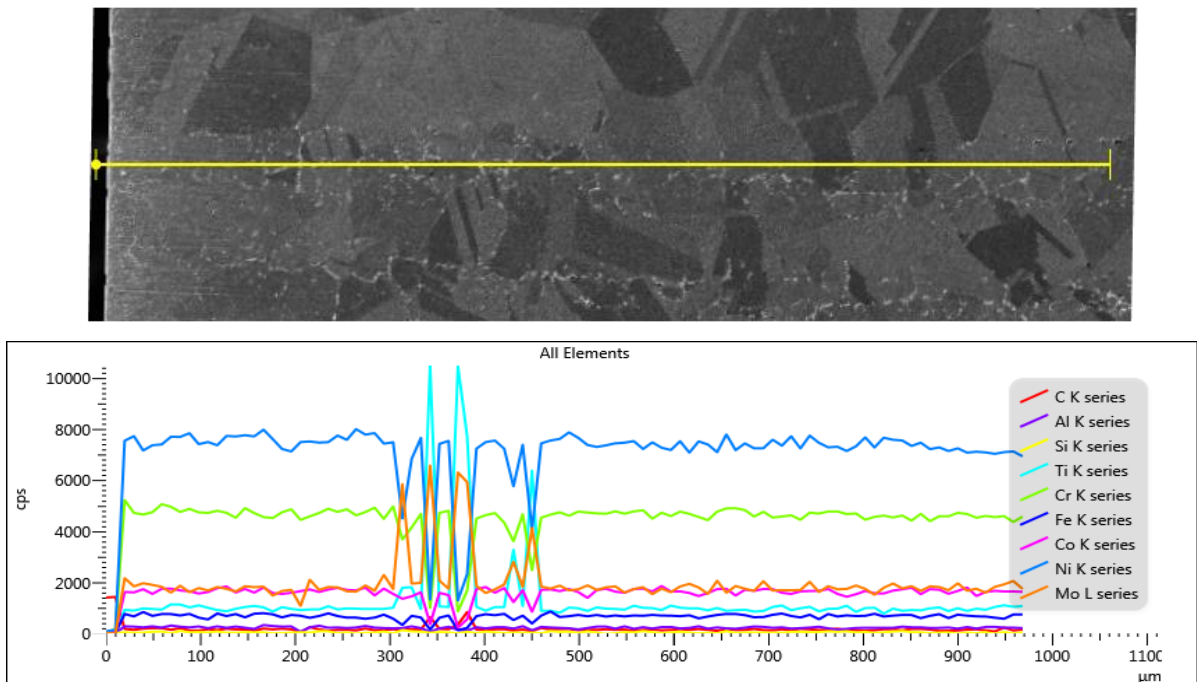
50μm

c)



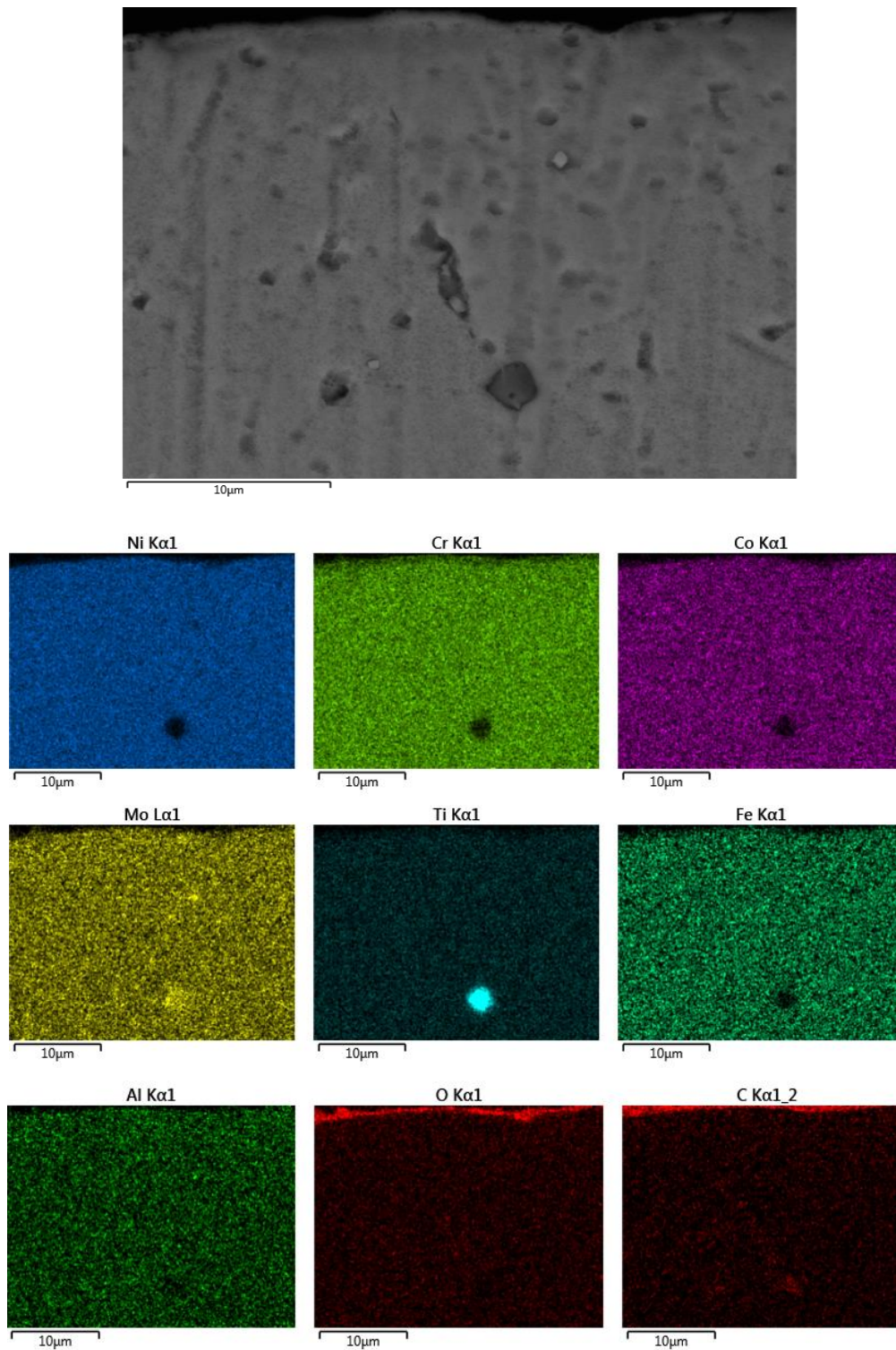
**Fig.4.8** Microstructuri pentru proba tratată la 700°C, 3cicluri: a) pe suprafața laterală, de la suprafața opusă șocului spre suprafața de aplicare a șocului termic; microstructuri obținute pe bazele probei paralelipipedice: b) suprafața opusă aplicării șocului și c) suprafața de aplicare a șocului

Analiza morfologică și chimică elementală prin microscopie electronică de baleiaj realizată pentru probele de René 41 a pus în evidență, de exemplu pentru proba tratată la 700°C, 3c, microstructura aliajului prezintă matrice metalică de soluție solidă  $\gamma$  cu poliedrii maclați în care precipitatele sunt orientate majoritar în șiruri (fig 4.17), similar materialului în stare de livrare. Analiza EDS în linie arată precipitate  $Ni_3Ti$  ( $\gamma'$ ) și carburi de molibden (fig.4.17).

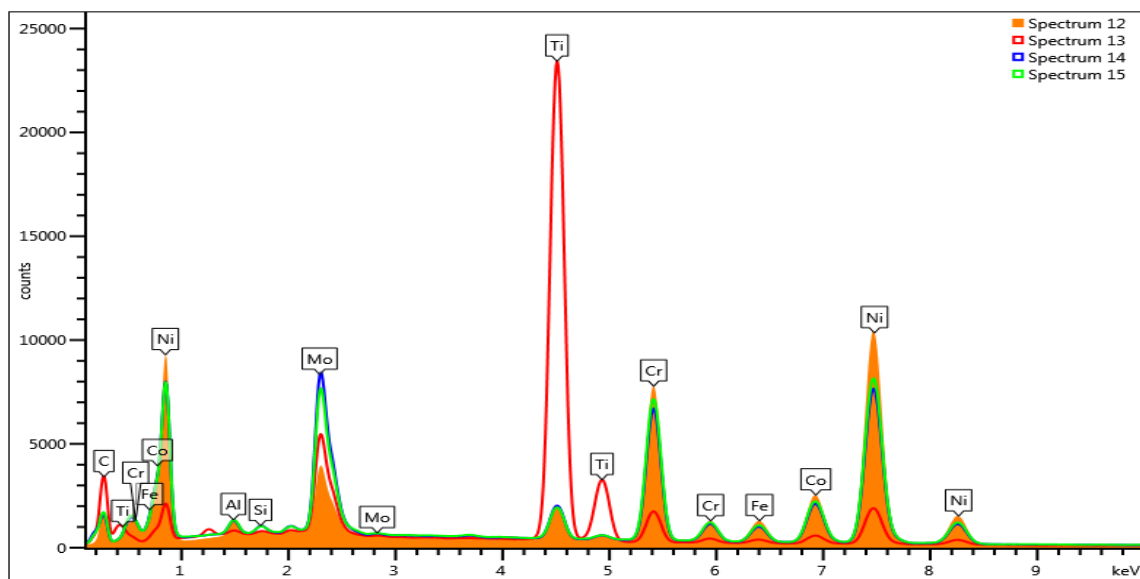
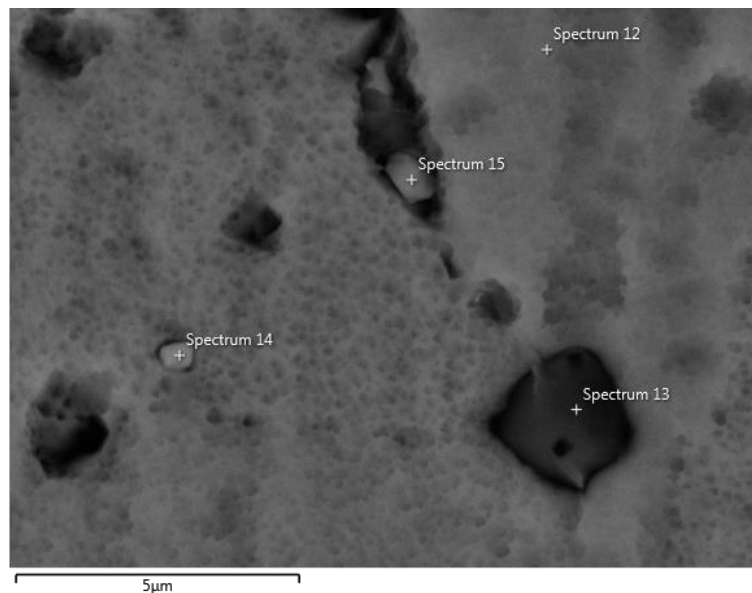


**Fig.4.17** Analiza EDS on line în secțiune pentru proba René 41 tratată la 700°C, 3c





**Fig.4.18** Harta compoziției elementale, proba de René 41 tratată la 700°C cu 3 cicluri de șoc termic



**Fig. 4.19** Analiza chimică elementală a probei de René 41 tratată la 700°C, 3 cicluri de șoc termic, spectre suprapuse: spectrul 12 -matrice, spectrul 13-compusi bogați în Ti și spectrele 14, 15-compusi bogați în Mo

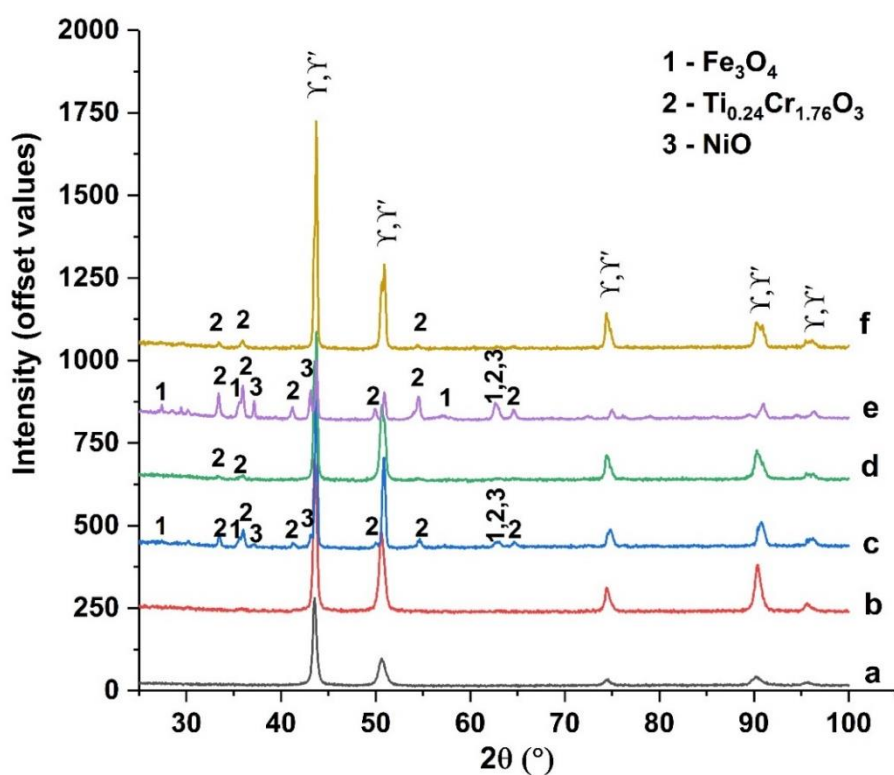
**Tabel 4.4** Compoziții [% wt ] determinate în punctele 12, 13, 14, 15 pentru proba de René 41 tratată la 700°C cu 3 cicluri de șoc termic

Spectru	Spectru 12 [%wt]	Spectru 13 [%wt]	Spectru 14 [%wt]	Spectru 15 [%wt]
Al	1.98	0.37	1.47	1.53
Si	0.19	0.20	0.59	0.54
Ti	3.39	62.75	3.86	3.49
Cr	19.13	6.17	18.04	18.76
Fe	3.53	0.87	2.89	3.05
Co	10.18	2.35	8.89	9.18
Ni	50.47	11.15	38.32	40.26
Mo	11.13	16.15	25.94	23.20
Total	100.00	100.00	100.00	100.00

Harta compoziției chimice elementale (fig.4.18) și analiza chimică elementală prin spectre suprapuse (fig.4.19 și tabelul 4.4) au pus în evidență faptul că precipitatele mari de culoare închisă sunt compuși cu titan, faza  $\gamma'$ ,  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  (fig 4.18 și spectrul 13, fig,4.19, tabel 4.4), iar precipitatele mici de culoare deschisă sunt bogate în molibden, carburi (fig.4.19, tabel 4.4, spectrele 14 și 15) [94-95]. Compoziția matricei de soluție solidă  $\gamma$  este dată de spectrul 12.

Difractogramele X ale probelor analizate prezintă, majoritar, linii de difracție asociate matricei  $\gamma$ , grup spațial Fm3m (225), cu structura FCC [24] și compusului intermetalic  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ ) [25]. Principalele elemente care formează precipitate (cu Ni) în structura aliajelor René sunt Al și Ti [24].

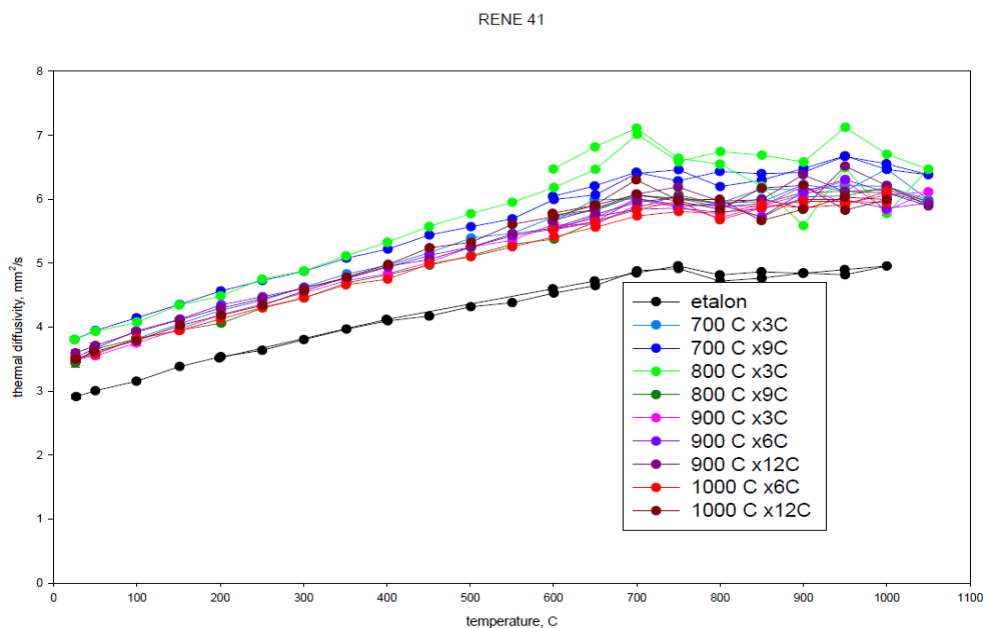
În straturile superficiale ale probelor tratate la 700°C, 800°C și chiar la 900°C cu 3 cicluri, se poate observa apariția oxizilor:  $\text{Ti}_{0.24}\text{Cr}_{1.76}\text{O}_3$  (DB card 04-015-9779),  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (DB card 01-084-2782) și  $\text{NiO}$  (DB card 04-004-8992), figura 4.34.



**Fig.4.34** Difractograme pentru René-41 etalon -a și probe tratate prin șocuri termice: 700°C cu 3 cicluri -b, 700°C cu 9 cicluri -c, 800°C cu 3 cicluri -d, 800°C cu 9 cicluri -e și 900°C cu 3 cicluri -f

Variația cu temperatura a difuzivității termice a probelor supuse la șocuri termice prezintă un maximum în intervalul 600-800°C, similar probei etalon, dar maximum probelor supuse la șocuri termice este mai pronunțat.

Spre deosebire de proba etalon, variația cu temperatura a difuzivității probelor supuse la șocuri termice prezintă și al doilea maximum în intervalul 900-1000°C.

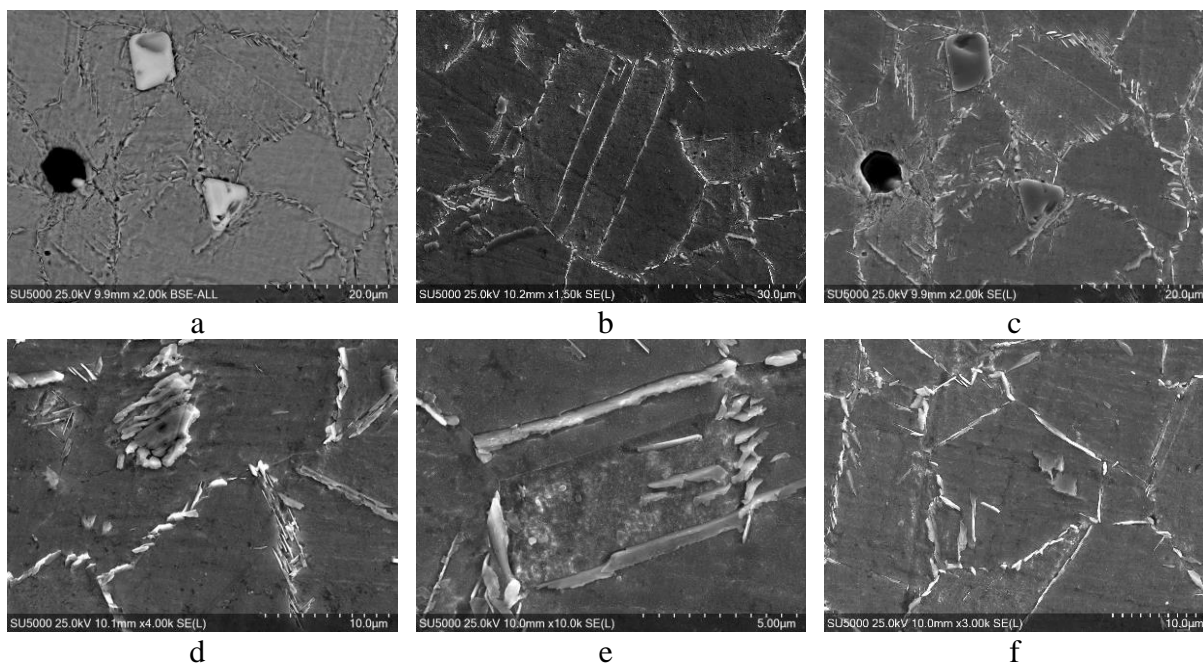


**Fig.4.41** Sintează valori difuzivitate pentru probele de René 41 tratate prin șocuri termice ciclice

### Capitolul 5. Influența șocurilor termice ciclice asupra aliajului Inconel 718

În capitolul 5, s-a început caracterizarea aliajului Inconel 718 în stare de livrare, care a fost realizată prin determinări de proprietăți fizice, măsurători de duritate HV, caracterizare morfologică prin microscopie optică și electronică, determinări de compoziție chimică elementală EDS și analiză calitativă de fază, XRD.

Analiza SEM (fig.5.2) a pus în evidență o repartiție relativ uniformă a precipitatelor intragranulare la limita graunților (fig.5.2 a,c), structura poliedrică cu grăunți maclați a matricei de soluție solidă  $\gamma$  (5.2.b), prezența unor precipitate intergranulare de forma lamelara/aciculara în limita de grăunte (fig 5.2b-f).



**Fig.5.2** Microstructuri SEM pentru aliajul în stare de livrare

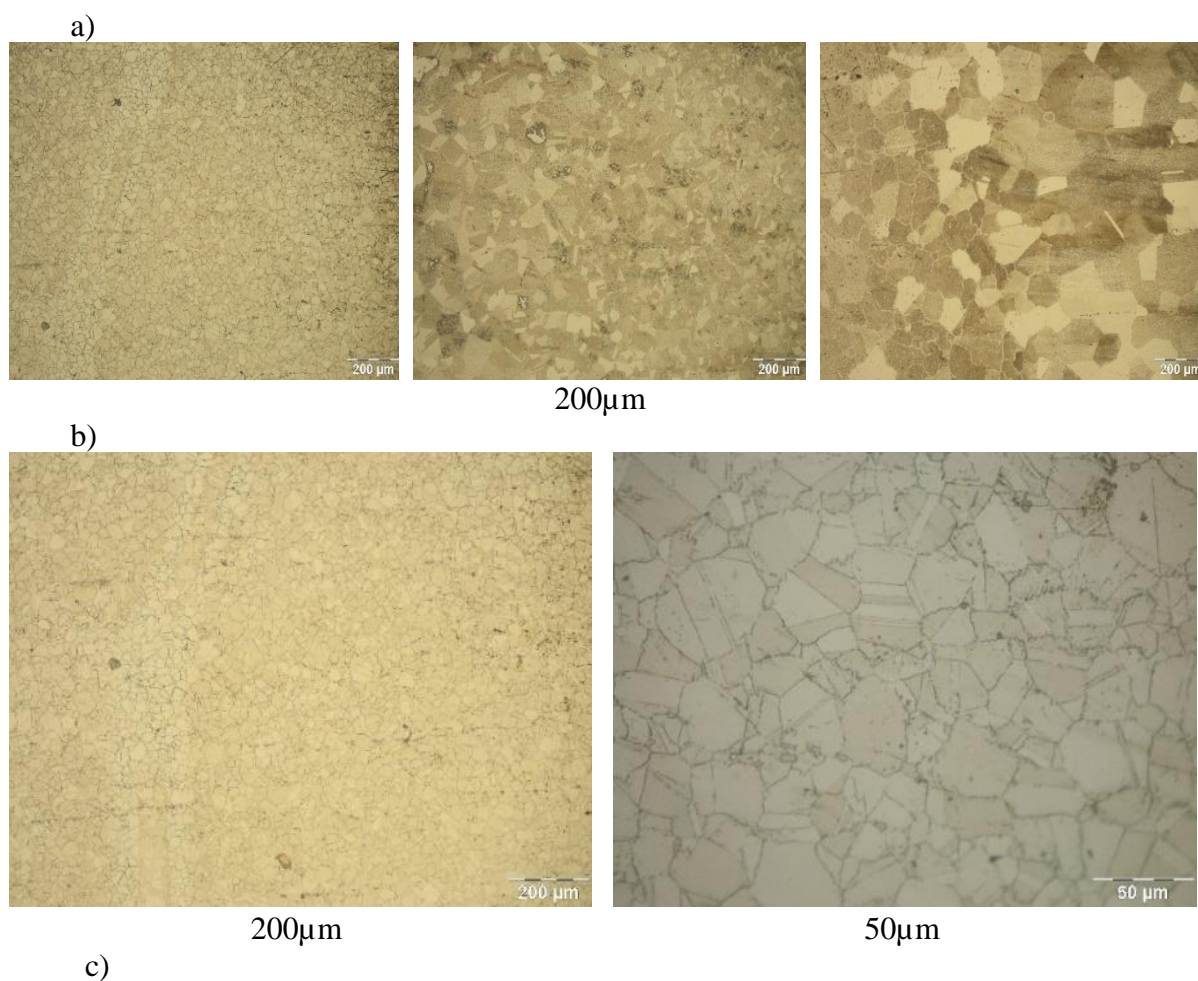
Analiza SEM EDS în puncte a pus în evidență compoziția chimică elementală a matricei de soluție solidă și a fazei  $\gamma''$ , compușii  $Ni_3Nb$ . Prezența fazei  $\gamma'$  este mai subtilă decât pentru aliajul René 41, dar se face cunoscută prezența fazei  $\gamma''$  în precipitatele de formă aciculară în limita de grăunte.

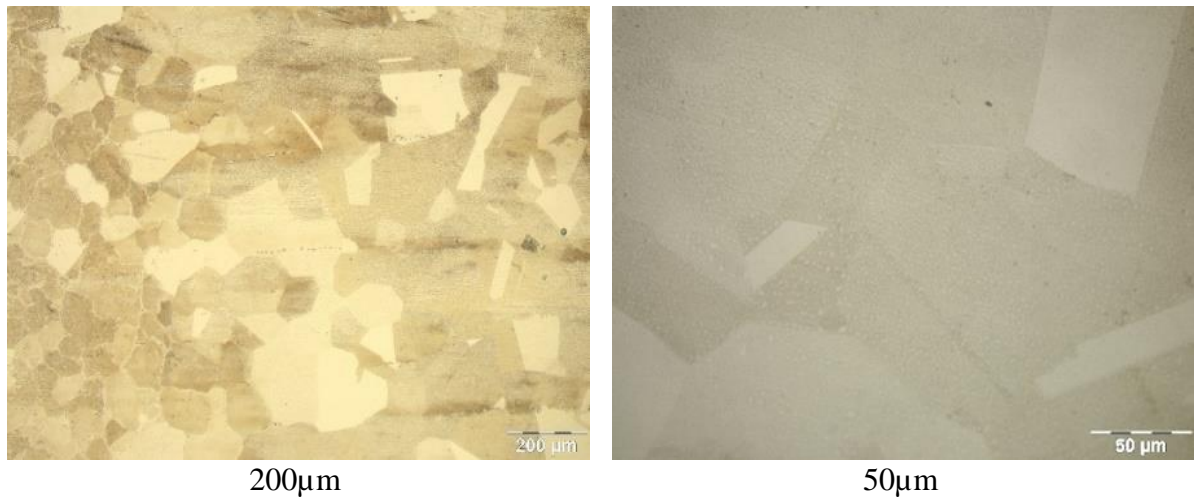
S-a continuat prezentarea tratamentului prin șocuri ciclice prin exemple de macrografii și grafice pentru ciclogramele de șoc termic.

În urma măsurătorilor de duritate HV, efectuate pe înălțimea probelor, de la suprafața opusă șocului spre suprafața de aplicare a șocului s-au constatat următoarele: pentru același număr de cicluri, duritatea în apropierea suprafeței de aplicare a șocului scade cu creșterea temperaturii (a se vedea fig.5.8).

Scăderea durității se datorează creșterii energiei înmagazinate în probă prin creșterea temperaturii de șoc și a numărului de șocuri, care determina procese de difuzie și dizolvare, cu scăderea proporției de faze dure.

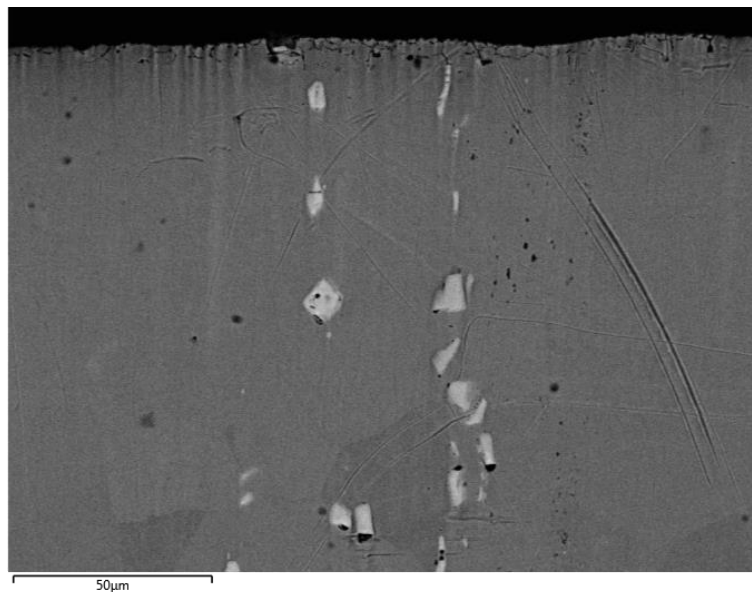
Pentru caracterizarea microstructurală prin microscopie optică, analiza s-a realizat pe lungimea probei, imaginile fiind prezentate de la capătul opus aplicării șocurilor termice spre suprafața supusă șocului termic și pe cele două suprafețe. S-a observat, de exemplu, pentru proba de Inconel 718 tratată la  $1000^{\circ}C$ , 6cicluri, diferența de mărime de grăunte între suprafața din vecinătatea șocului și cea opusă.





**Fig.5.20** Microstructuri pentru proba de Inconel 718 tratată la 1000°C, 6cicluri: a) evoluția microstructurii pe suprafața laterală a probei de la capătul opus șocului spre suprafața de aplicare; microstructuri obținute pe bazele probei paralelipipedice: b) în suprafața opusă aplicării șocului și c) în vecinătatea suprafeței de aplicare a șocului

Un exemplu de analiză SEM/EDS pentru proba supusă șocului la 700°C, 20 cicluri, arată că prin creșterea nr. de cicluri de șoc apar precipitatele mari în linie, orientate perpendicular pe suprafața de aplicare a șocurilor, bogate în Nb și Mo și cele bogate în Ti, precum și un strat superficial oxidic (fig.5.33)



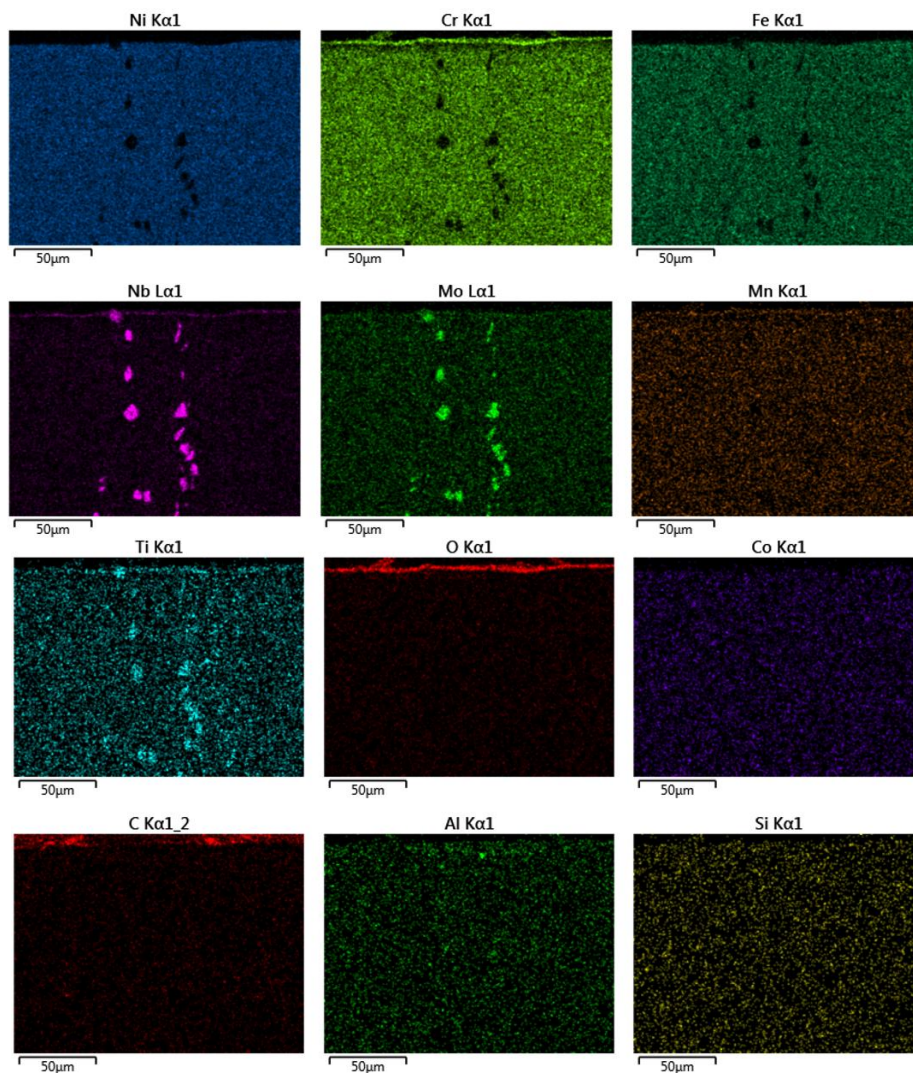
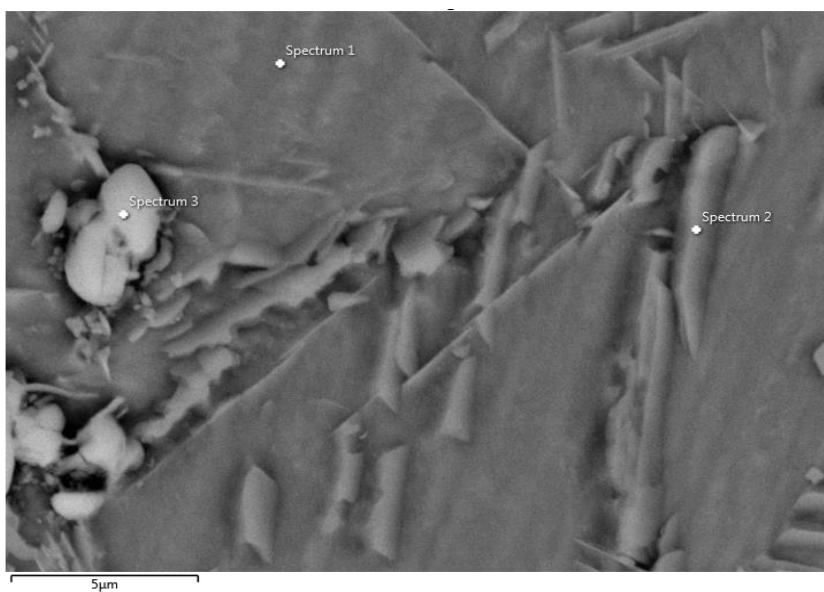
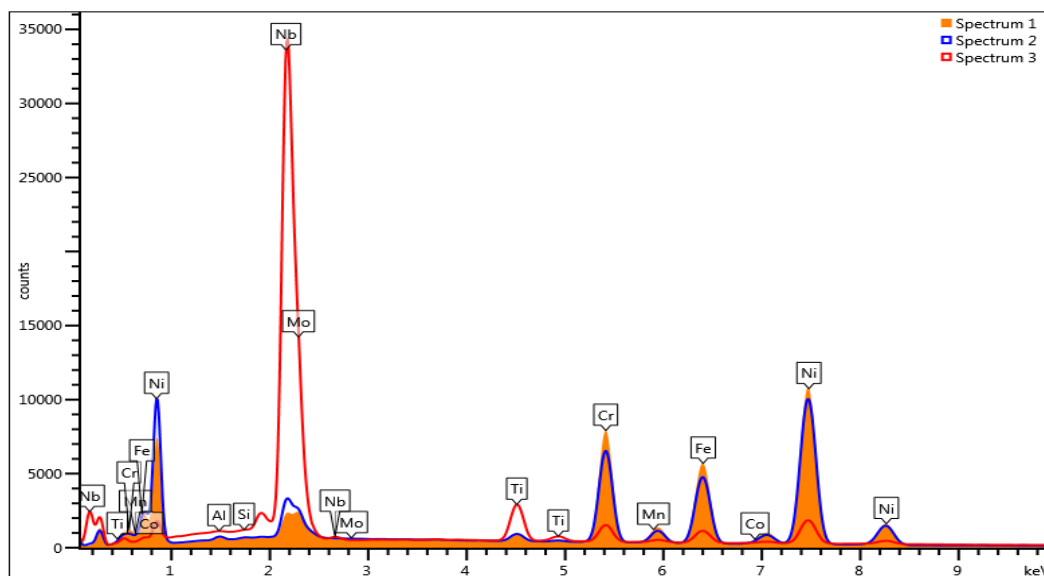


Fig.5.33 Harta compoziției elementale a probei de Inconel 718 tratată la 700°C, 20 cicluri





**Fig.5.35** Analiza chimică elementală a probei tratate la 800°C, 9c; a-harta compoziției chimice elementale; b-spectre suprapuse

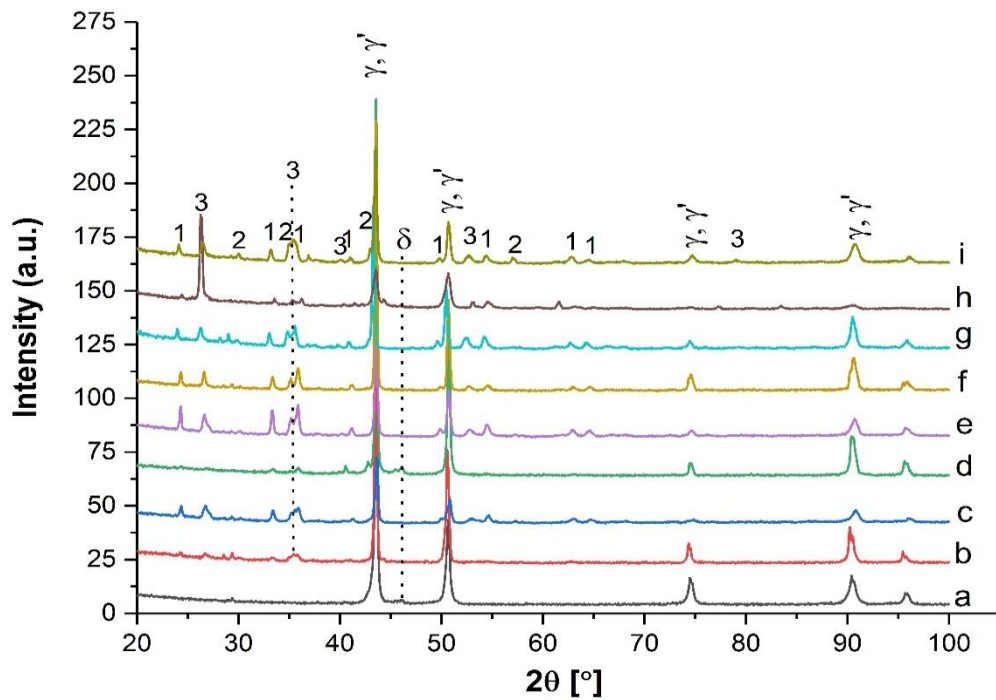
**Tabel 5.4** Compoziția elementală [%wt] în punctele 1-3

Spectru	Spectru 1	Spectru 2	Spectru 3
Al	0.68	0.61	0.08
Si	0.14	0.14	0.09
Ti	0.97	1.10	6.38
Cr	18.24	16.43	3.35
Mn	0.21	0.18	0.00
Fe	18.44	16.58	3.04
Co	0.44	0.40	0.07
Ni	51.74	51.85	7.50
Nb	5.55	9.46	78.91
Mo	3.60	3.24	0.57
Total	100.00	100.00	100.00

La 9 cicluri (800°C) apar precipitate lamelare la limita de grăunte și precipitate grosolane cu forme rotunjite, foarte bogate în niobiu (fig. 5.35, tabelul 5.4). Se remarcă creșterea până la 78.91%Nb în precipitatele de culoare deschisă, grosolane și scăderea conținutului de Nb în matrice până la 5.55%.

Analiza de fază calitativă prin difracție cu radiații X a indicat pentru toate probele analizate prezența liniilor de difracție asociate matricei  $\gamma$  a aliajului cu o structură din grupul spațial 225:Fm-3m și fazei  $\gamma'$  făcând parte din grupul spațial 221:Pm-3m [140]. Pentru proba de aliaj neciclată și pentru proba Inconel 800° 9c se observă de asemenea prezența fazei  $\delta$  specifice acestui aliaj[140].

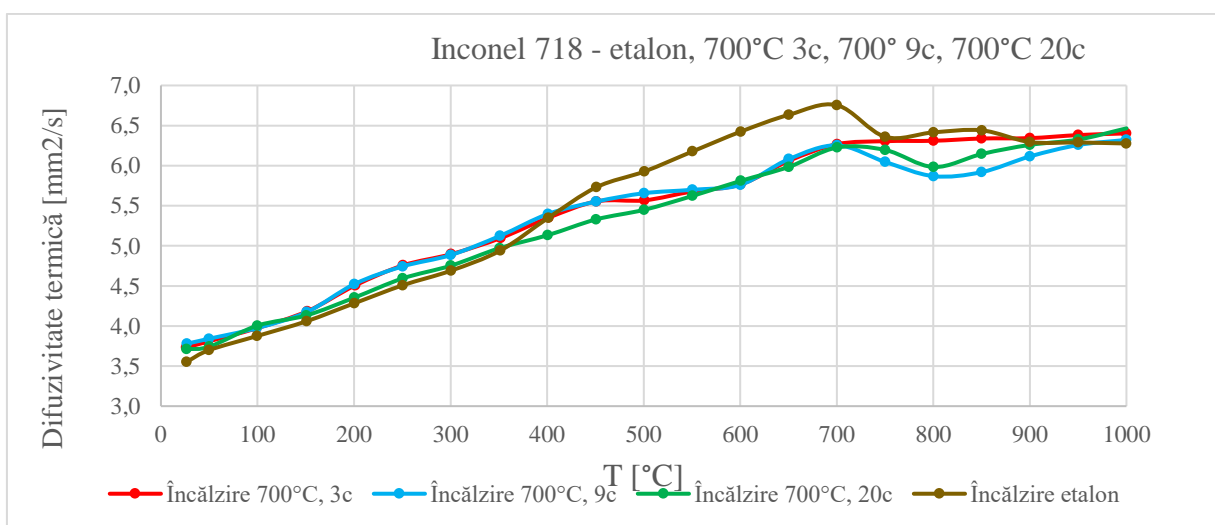




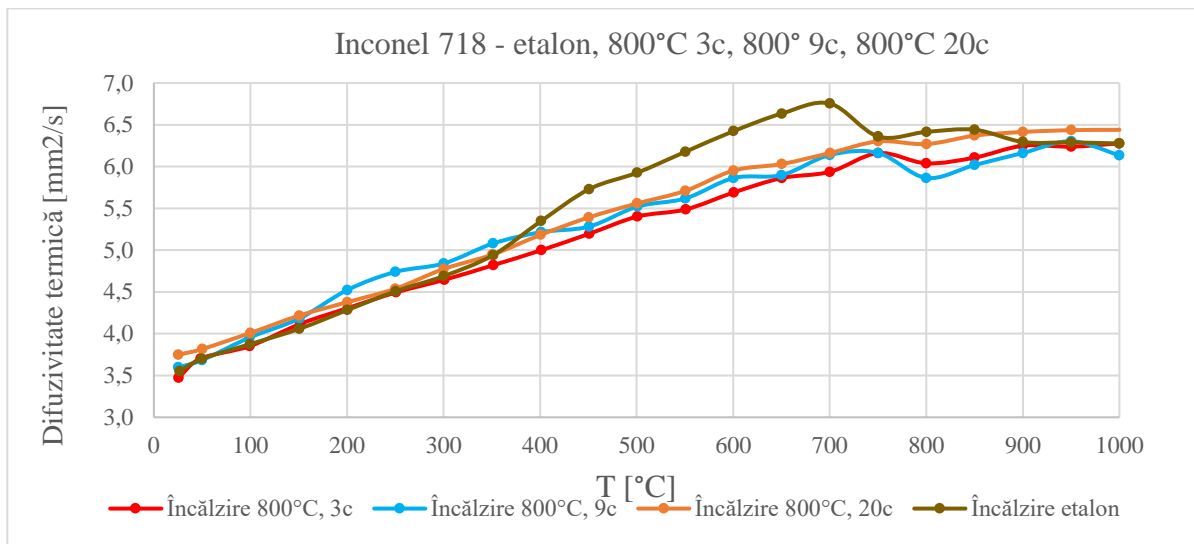
**Fig.5.43** Difractograme pentru Inconel 718 etalon -a și probe tratate prin șocuri termice: 700°C cu 3 cicluri -b, 700°C cu 20 cicluri -c, 800°C cu 9 cicluri -d, 800°C cu 20 cicluri -e, 900°C cu 15 cicluri -f, 900°C cu 20 cicluri -g, 1000°C cu 6 cicluri -h, 1000°C cu 20 cicluri -i

Curbele de variație a difuzivității probelor tratate cu număr diferit de șocuri efectuate la aceeași temperatură prezintă variație ascendentă cu maximum în intervalul temperaturilor de revenire, domeniu în care valorile sunt sub cele ale etalonului, după care variația este mică sau chiar nulă.

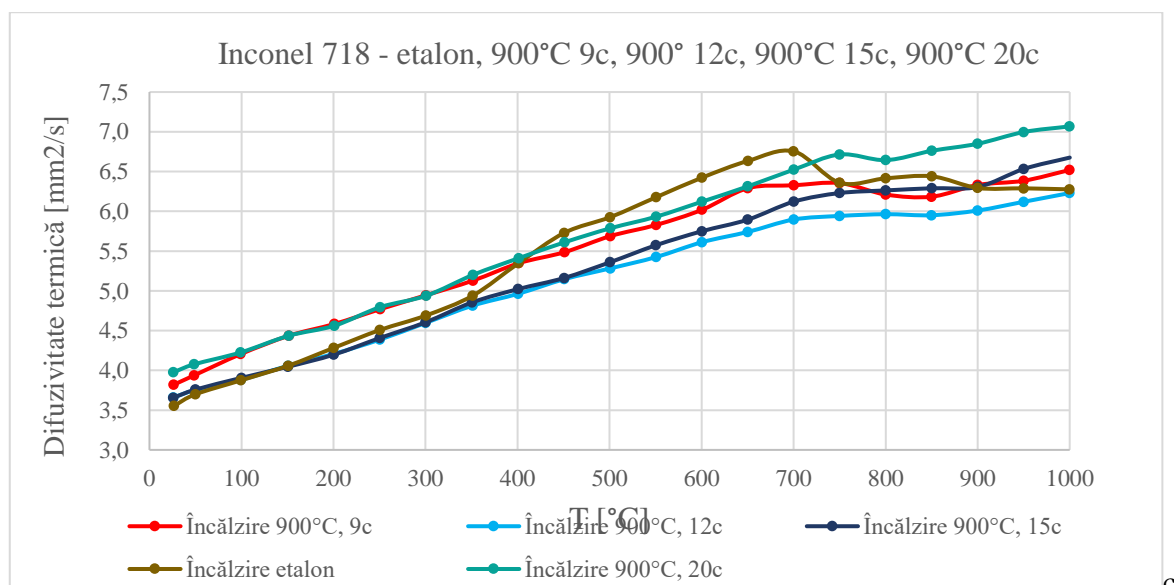
Excepție face proba tratată la 1000°C cu 6 cicluri care prezintă constant valori mai mari decât etalonul.



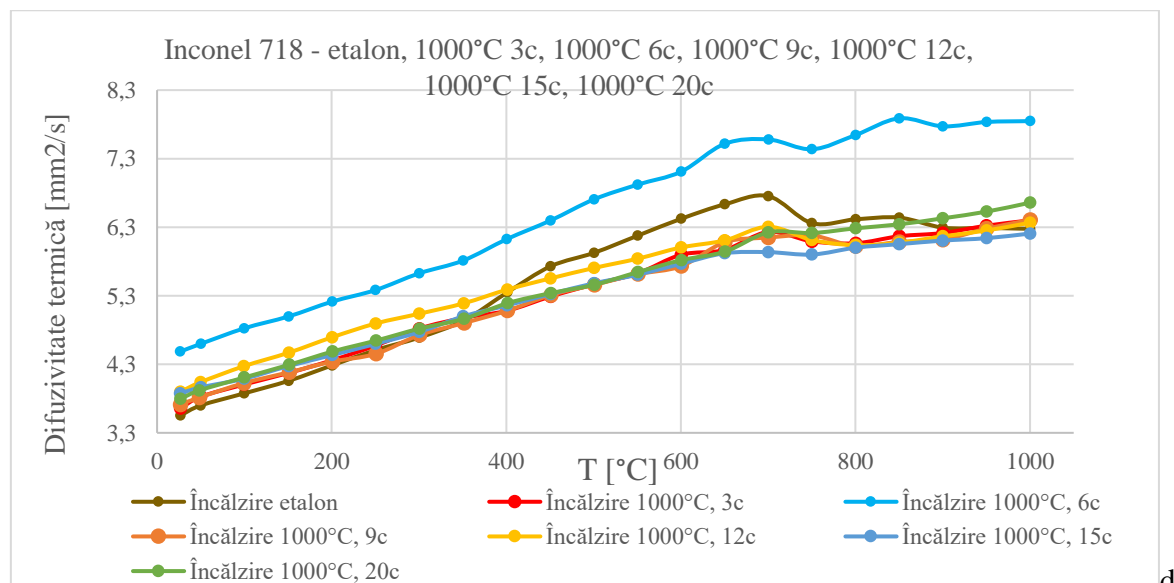
a



b



c



d

**Fig.5.50** Variația difuzivității termice cu numărul de cicluri aplicate la: a-700°C; b-800°C; c-900°C; d-1000°C

## **Capitolul 6. Studiu comparativ privind influența șocurilor termice la temperaturi înalte asupra structurii și proprietăților celor două superaliaje**

Diferențele esențiale dintre cele două aliaje rezultă din compozițiile chimice. Nichelul este elementul de bază al aliajelor și formează matricea de soluție solidă  $\gamma$  cu rețea cubică cu fețe centrate.

Sunt înalt aliate cu Cr, asocierea nichel-crom conferă celor două superaliaje excelentă rezistență la coroziune la temperaturi ridicate și înalte. În ambele aliaje Cr participă la creșterea caracteristicilor mecanice, ca element durificator ce formează carburi.

Constituenții structurali ai celor două aliaje sunt : soluția solidă înalt aliată și faze dure,  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  și carburi ale elementelor de aliere. Ambele aliaje sunt durificate prin gradul înalt de aliere a soluției solide și prin îmbătrânire.

Elementul durificator în René 41 este în principal titanul, care formează cu nichelul faze secundare faza  $\gamma'$   $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  sau  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ , stabile la temperaturi înalte, care conferă stabilitate aliajului.

Elementul durificator principal în Inconel 718 este niobiul care formează faza durificatoare  $\gamma''$ ,  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  (TVC), stabil la temperaturi de lucru până la  $650^\circ\text{C}$ . La temperaturi mai mari, în procesul de supra îmbătrânire,  $\gamma''$  se transformă în faza  $\delta$   $\text{Ni}_3\text{Nb}$  (ortorombic) cu structura aciculară. Nb este foarte susceptibil la segregatie și tinde să formeze faze  $\delta$  și Laves, proces care determină scăderea ductilității și a rezistenței la oboseală și fluaj. Datorită prezenței Al în Inconel 718, faza  $\gamma'$  și  $\gamma''$  apar simultan, faza  $\gamma'$  fiind în proporție de 4 ori mai puțină de cât faza  $\gamma''$ .

Difuzivitatea termică pentru toate probele prezintă valori crescătoare cu temperatura de măsurare. Curbele pentru aliajele etalon și pentru probele tratate la  $1000^\circ\text{C}$  cu 6 cicluri de șoc termic prezintă evoluții asemănătoare (fig.6.2 și fig.6.5). Pentru celelalte tratamente, curbele pentru René 41 și Inconel 718 prezintă variații foarte apropiate, chiar cu zone de suprapuneri.

Valorile determinate și studiul comparativ permit estimarea transferului termic și, implicit evoluția microstructurii celor două aliaje în condiții similare de temperatură și număr de solicitări prin șoc termic.

## **Capitolul 7. Concluzii, contribuții personale și perspective**

### **Concluzii**

Cercetările ce fac parte din obiectul tezei reprezintă comportarea aliajelor René 41 și Inconel 718 la temperaturi înalte în condiții de șoc termic, în instalații în care controlul temperaturii realizează imediat revenirea în condiții de operare prescrise. Un exemplu este energetica nucleară.

Au fost caracterizate aliajele în stare de livrare prin determinarea microdurității, a microstructurii, compoziției chimice și a variației cu temperatura, în intervalul  $25-1000^\circ\text{C}$ , a

proprietăților termofizice (căldura specifică, conductivitatea termică și dilatarea termică) și a alungirii specifice.

Simularea creșterii temperaturii în domeniul 700-1000°C, pentru durate scurte, a fost realizată prin șocuri termice cu o durată de 30s, prin încălzire în cuptorul solar, care asigură viteze de încălzire și de răcire mari.

Duritatea aliajului scade considerabil în apropierea suprafeței de șoc termic, fenomen asociat dizolvării fazelor durificatoare și creșterii grăunților. Creșterea temperaturii și a duratei șocurilor termice determină creșterea zonei influențate termic prin scăderea durtății, în raport cu suprafața de aplicare a șocurilor.

Structura probelor de René 41 tratate prin șocuri termice ciclice prezintă fazele caracteristice acestui aliaj: soluție solidă, compuși definiți și carburi. Cu creșterea temperaturii șocurilor spre 900°-1000°C, numărul precipitatelor scade și dimensiunile precipitatelor  $\gamma'$   $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  cresc, rămânând numai particule mari, evoluție în acord cu studiile publicate privind evoluția fazei  $\gamma'$  [9]. Matricea austenitică FCC a Rene-41 conține o cantitate mare de Cr, Co și Mo. La temperaturi înalte Cr difuzează spre suprafață unde formează un strat protector. O parte din Cr și Mo sunt legate în carburi.

Analiza XRD nu a determinat tipul carburilor secundare formate în limita de grăunte. Potrivit literaturii de specialitate, conținuturile mari de Ni, Mo și Co determină transformarea carburii  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  în carbură  $\text{M}_6\text{C}$ . [29,87,92,132-135]

Curbele de variație a difuzivității termice cu temperatura pentru probele supuse la șocuri termice prezintă alura asemănătoare cu cea a etalonului (în condiții de livrare) și valori cu până la 40% mai ridicate decât cele ale probei etalon. Creșterea transferului termic la temperaturi înalte determină stabilizarea soluției solide înalt aliate, micșorarea cantității de precipitat și scăderea durtății.

Microstructura probelor de Inconel 718 tratate prin șocuri termice ciclice prezintă fazele caracteristice acestui aliaj: soluție solidă  $\gamma$ , compuși definiți și carburi. Precipitatele de  $\gamma'$  în limita grăunților nu au fost puse în evidență prin difracție de raze x, fapt explicat prin finețea, dar prezența lor este atestată de conținutul de Ti [120, 138,142]. Creșterea rapidă a precipitatelor de  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  constantă cu creșterea temperaturii și a duratei șocurilor termice este în concordanță cu datele din literatură[142].La temperaturi înalte precipitatele conțin o proporție importantă de Mo și Co, fapt în acord cu cercetările efectuate de Alexander Glotka [92], potrivit cărora conținutul mai mare de 4% Mo determină creșterea procentelor de Co și Mo în precipitate.

Curbele de variație a difuzivității termice cu temperatura șocului, pentru același număr de șocuri aplicate sunt apropiate de cea pentru etalon, la temperaturi mai mari de 400°C prezintă valori sub curba etalon.

## **Contribuții personale**

Studiul privind influența șocurilor termice ciclice la temperaturi înalte asupra celor două superaliaje cu bază de nichel, destinate pentru aplicații la temperaturi ridicate și înalte, chiar în condiții extreme de temperatură și coroziune, are caracter original prin:

- Simularea condițiilor accidentale cu creșterea rapidă a temperaturii în intervalul 700-1000°C s-a realizat prin încălzire cu energie solară;
- A fost studiată evoluția morfologiei și a compoziției chimice elementale cu temperatura și numărul de șocuri termice ciclice aplicate. S-a determinat distribuția elementelor de aliere și evoluția acestora cu tratamentul prin șocuri termice ciclice. A fost pusă în evidență influența molibdenului în ambele aliaje, aspect puțin cercetat în condiții de operare normală;
- S-a studiat morfologia și distribuția elementelor în straturile de coroziune;
- Determinarea profilului de variație a durtății în raport cu suprafața de aplicare a șocurilor permite evaluarea zonei influențate termic;
- Studiul comparativ al variației durtății celor două superaliaje permite aprecieri privind evoluția proprietăților mecanice la temperaturi înalte;
- Variațiile difuzivității probelor supuse la șocuri termice ciclice, în funcție de temperatura șocurilor și de numărul de șocuri aplicate au fost evaluate în comparație cu evoluția cu temperatura de măsurare a difuzivității aliajului în stare de livrare. Evoluția difuzivității aliajelor cu temperatura de măsurare, ne dă informații asupra transferului termic în aliaj în intervalul 20-1000°C, care corelată cu viteza de încălzire/răcire ne oferă informații asupra transformărilor structurale;
- Studiul comparativ al transferului termic în cele două aliaje permite evaluarea posibilităților de utilizare la diferite temperaturi de operare, dar și evaluarea vitezei de răcire /încălzire în timpul tratamentului termic.

Având în vedere volumul foarte mic de informații existente în literatură privind transferul termic în cele două superaliaje cu bază de nichel, create cu scopul de a fi utilizate la temperaturi ridicate și înalte, consider că datele experimentale prezentate în lucrare contribuie la îmbogățirea bazei de date a aliajelor René 41 și Inconel 718.

## **Perspective**

În perspectivă, avem în vedere studiul comparativ al proprietăților unor aliaje candidate ca materiale structurale pentru reactoare nucleare de generație nouă.

## **Bibliografia (selectivă)**

- [3] C Sims A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists, 1984, Materials Science, History. Superalloys DOI:10.7449/1984/ SUPERALLOYS \_1984\_ pag 399- 419
- [4] Lund and Wagner. "Oxidation of Nickel- and Cobalt-Base Superalloys". DMIC report 214. 1 March 1965. Defense Metals Information Center, Batelle Memorial Institute, Columbus, Ohio

- [5] W. Betteridge and S. W. S. Shaw, Development of superalloys, *Materials Science and Technology*, 3 (1987), 682–694.
- [12] Kazantseva, N.V., Stepanova, N.N., & Rigmant, M.B. (2019). *Superalloys: Analysis and Control of Failure Process* (1st ed.). CRC Press. DOI 10.1201/9781315106168
- [13] Tin, Sammy & Hardy, Mark & Clews, Justin & Cormier, Jonathan & Feng, Qiang & Marcin, John & O'Brien, Chris & Suzuki, Akane. (2020). *Superalloys 2020 Proceedings of the 14th International Symposium on Superalloys: Proceedings of the 14th International Symposium on Superalloys*, DOI 10.1007/978-3-030-51834-9.
- [15] Reed, R. C (2006). *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge: Cambridge University Press. p. 121. ISBN 9780521070119.
- [19] "Development and application of high-temperature corrosion-resistant materials and coatings for advanced waste-to-energy plants". *Materials at High Temperatures*. **14** (3): 261–268. doi:10.1080/09603409.1997.11689552
- [20] Baufeld, B.; Bartsch, M.; Broz, P.; Schmucker, M. (2004). "Microstructural changes as postmortem temperature indicator in Ni-Co-Cr-Al-Y oxidation protection coatings". *Materials Science and Engineering*. **384** (1–2): 162–171. doi:10.1016/j.msea.2004.05.052
- [21] Walston, W.S. (2004). "Coating and Surface Technologies for Turbine Airfoils". *Superalloys 2004 (Tenth International Symposium)*. pp. 579–588. doi:10.7449/2004/Superalloys\_2004\_
- [25] Jeremy E. Watson, *Superalloys: production properties and applications*, Nova Science Publishers, Inc., New York, 2011
- [32] S Dasari, A Sharma, C Jiang, B Gwalani, WC Lin, KC Lo, S Gorsse Exceptional enhancement of mechanical properties in high-entropy alloys via thermodynamically guided local chemical ordering *Proceedings of the National Academy of Sciences* 120 (23), e2211787120
- [33] Reed, R. C.; RAE, C. M. F. *Physical metallurgy of the nickel-based superalloys*. In: *Physical metallurgy*. Elsevier, 2014. p. 2215-2290
- [48] PYCZAK, Florian, et al. The influence of different alloying elements on the development of the  $\gamma/\gamma'$  microstructure of nickel-base superalloys during high-temperature annealing and deformation. *Acta materialia*, 2005, 53.14: 3879-3891
- [49] Blavette et al. Phase transformation and segregation to lattice defects in Ni-base superalloys. *Microscopy and microanalysis*, 2007, 13.6: 464-483
- [51] MacKenzie, D.S., & Totten, G.E. (Eds.). (2005). *Analytical Characterization of Aluminum, Steel, and Superalloys* (1st ed.). CRC Press. DOI 10.1201/9781420030365, <http://library.navoiy-uni.uz/>
- [52] CADEL, E., et al. Atom probe tomography investigation of the microstructure of superalloys N18. *Acta materialia*, 2002, 50.5: 957-966
- [53] Marie-Agathe Charpagne, Jean-Michel Franchet, Nathalie Bozzolo : Overgrown grains appearing during sub-solvus heat treatment in a polycrystalline  $\gamma$ - $\gamma'$  Nickel-based superalloy, HAL Id: hal-01719248 <https://minesparis-psl.hal.science/hal-01719248> , 2018

- [60] A.R.P. Singh et al. Influence of cooling rate on the development of multiple generations of  $\gamma'$  precipitates in a commercial nickel base superalloy, *Materials Characterization*, Volume 62, Issue 9, September 2011, Pages 878-886
- [65] S. Azadian, L.-Y. Wei, et R. Warren, « Delta phase precipitation in Inconel 718 », *Materials Characterization*, vol. 53, no 1, p. 7-16, sept. 2004.
- [66] Benoît Ter-Ovanessian, « Etude comparative de différents superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien », Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), 2011.
- [69] MITCHELL, R. J., et al. Influence of composition and cooling rate on constrained and unconstrained lattice parameters in advanced polycrystalline nickel–base superalloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, 423.1-2: 282-291
- [81] G. S. Chyernyak, O. V. Rutes and S. B. Maslenkov, “Effect of Magnesium and Calcium on Structure and Properties of Heat-Resistant Alloys,” *Special Steels and alloys* (in Russian), *Metallurgiya*, No. 1, 1972, pp. 89-97.
- [82] H. Y. Bor, C. G. Chao and C. Y. Ma, “The Influence of Magnesium on Carbide Characteristics and Creep Behavior of the Mar-M247 Superalloy,” *Scripta Materialia*, Vol. 38, No. 2, 1998, pp. 329-335.
- [83] Kenneth C. Mills, Yehia M. Youssef, Zushu Li, Yuchu Su § Calculation of Thermophysical Properties of Ni-based Superalloys, J-STAGE home, ISIJ International, Volume 46 (2006) Issue 5]
- [105] You Wu et al.: An innovative approach towards forming the serrated grain boundaries and refining the  $\gamma'$  precipitates in nickel-based superalloys, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 908, 5 July 2022, 164570)
- [107] Atxaga Irisarri, Garbiñe and A. M. Irisarri. “Creep behaviour of a cast René 41 superalloy”, *Materials Science*, 2013), [semanticscholar.org/paper/Creep-behaviour-of-a-cast-Ren%C3%A9-41-superalloy](https://www.semanticscholar.org/paper/Creep-behaviour-of-a-cast-Ren%C3%A9-41-superalloy)
- [108] T. Babinský s a : Surface relief evolution and fatigue crack initiation in René 41 superalloy cycled at room temperature, *Materials Science and Engineering*, Volume 819, 5 July 2021, 141520
- [109] Peter Miodownik, Jean-Phillipe Schille, Nigel Saunders, Zhanli Guo, Xiuqing Li: Modelling the Material Properties and Behaviour of Ni-Based Superalloys, HAL Id: hal-03349366 <https://hal.science/hal-03349366> Submitted on 21 Sep 2021
- [115] Christopher Marsh, *The Mechanical Properties and Deformation Behavior of Heat Treated Versus As-Received Inconel X ed Inconel X-750*, 2018, University of South Carolina,
- [116] R. Vincent : Precipitation around and welds in the nickel-base superalloy, Inconel 718, *Acta Metallurgica*, Volume 33, Issue 7, July 1985, Pages 1205-1216
- [126] Lei Jia , Heng Cui , Shufeng Yang , Shaomin Lv , Xingfei Xie , Jinglong Qu : As-cast microstructure and homogenization kinetics of a typical hard-to-deform Ni-base superalloy, *Journal of Materials Research and Technology*, Volume 23, March–April 2023, Pages 5368-5381

[128] M. Jovanović, S. Tadić: Influence of high-temperature exposure on the microstructure and creep resistance of IN-100 superalloy, *Journal of Materials Science Letters*, 1993

[130] Louis Thébaud, Patrick Villechaise, Coraline Crozet, Alexandre Devaux, Denis Béchet, Jean-Michel Franchet, Anne-Laure Rouffié, Michael Mills, Jonathan Cormier: Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509317317112>

Manuscript\_c985a8967f2ced019cd55a430a80a4d1

[133] S. Xiang, S. Mao, Z. Shen, H. Long, H. Wei, S. Ma, J. X. Zhang, Y. Chen, J. Zhang, B.-B. Zhang, and Y. Liu, "Site preference of metallic elements in M23C6 carbide in a Ni-based single crystal superalloy," *Mater. Design*, No. 129, 457–468 (2017); DOI: 10.1016/j.matdes.2017.05.023.

### Lista lucrărilor publicate

#### Articole elaborate pe baza rezultatelor prezentate în teza de doctorat

- 1) **Elisabeta Roxana Ungureanu Arva**; Denis Aurelian Negrea; Andrei Galatanu; Magdalena Galatanu; Sorin Georgian Moga; Daniel-Constantin Anghel; Mihai Branzei; Livia Stoica; Alexandra Ion Jinga; Mircea Ionut Petrescu; Corneliu Munteanu; Marioara Abrudeanu: The Influence of Cyclic Thermal Shocks at High Temperatures on the Microstructure, Hardness and Thermal Diffusivity of the Rene 41 Alloy, *Materials* 2024, Volume 17, Issue 10, 2262; <https://doi.org/10.3390/ma17102262>; IF 3,4, Q2

#### Articole elaborate în legătură cu tema tezei de doctorat

- 1) Daniel-Constantin Anghel, Andreea Elena Rosu, Gabriel Neacsu, Iustin-Alexandru Popa, Mihai Branzei, Vasile Rizea, Catalin-Marian Ducu, Maria Magdalena Dicu, Alin Daniel Rizea, **Elisabeta Ungureanu**, Marioara Abrudeanu: The Influence of Thermal Shocks on the Thermophysical Properties of the Zircaloy-4, *Revista de Chimie (Rev. Chim.)*, Year 2019, Volume 70, Issue 2, 575-577, <https://doi.org/10.37358/RC.19.2.6958>

#### Lucrări prezentate la conferințe internaționale

- 1) **Ungureanu E**, Anghel DC, Negrea D, Abrudeanu et al. Influence of thermal shocks at high temperatures on microstructure and hardness of RENE 41 alloy. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*; 2019. [Doi:10.1088/1757-899X/564/1/012046](https://doi.org/10.1088/1757-899X/564/1/012046)

#### Citări:

- William Sean James et al :High-temperature failure and microstructural investigation of wire-arc additive manufactured Rene 41, January 2023, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 125(5-6):1-17, DOI:[10.1007/s00170-023-10885-5](https://doi.org/10.1007/s00170-023-10885-5). IF 3.87
- William Sean James, Supriyo Ganguly and Goncalo Pardal: A performance comparison of additive manufactured creep-resistant, *SCIENCE AND TECHNOLOGY OF WELDING AND JOINING*, <https://doi.org/10.1080/13621718.2023.2187925>, IF 3,5